

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 13 MAY 2004

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 103 17 533.4

**Anmeldetag:** 16. April 2003

**Anmelder/Inhaber:** Basell Polyolefine GmbH, Wesseling/DE

**Bezeichnung:** Verfahren zur diskontinuierlichen Katalysatordosierung  
in einen Gasphasenwirbelschichtreaktor

**IPC:** B 01 J, C 08 F

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der  
ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 12. Dezember 2003  
**Deutsches Patent- und Markenamt**

**Der Präsident**  
Im Auftrag

Agurke



Ursprüngliche Fassung  
**NICHTS** ändern!

## Verfahren zur diskontinuierlichen Katalysatordosierung in einen Gasphasenwirbelschichtreaktor

### Beschreibung

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Dosierung mindestens eines festen, partikelförmigen Katalysators in einen Reaktor mit einer Wirbelschicht aus Partikeln in einem zumindest zum Teil gasförmigen Medium, wobei der Katalysator an mindestens einer Dosierstelle in vorgegebenen zeitlichen Abständen diskontinuierlich in die Wirbelschicht eindosiert wird.

10

Weiterhin ein Polymerisationsverfahren zur Herstellung von Ethylen- oder Propenhomopolymerisaten oder -copolymerisaten und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

15

Gasphasenpolymerisationsverfahren stellen wirtschaftliche Verfahren zur Polymerisation von Ethen und Propen bzw. zur Copolymerisation von Ethen oder Propen mit anderen  $C_2-C_8$ - $\alpha$ -Olefinen dar. Derartige Gasphasenpolymerisationsverfahren können insbesondere als Gasphasenwirbelschichtverfahren ausgeführt werden, bei der die Polymerpartikel durch einen geeigneten Gasstrom in der Schwebe gehalten werden. Verfahren dieser Art werden beispielsweise in EP-A-0 475 603, EP-A-0 089 691 und EP-A-0 571 826 beschrieben.

20

Zur Durchführung der Polymerisationsreaktion ist ein Katalysator und ggf. ein Cokatalysator notwendig. Der Katalysator muss in irgend einer Weise dem Wirbelbett zugeführt werden. Hierzu sind kontinuierliche und diskontinuierliche Verfahren gebräuchlich.

25

In der EP 226 935 B1 ist beispielsweise eine diskontinuierliche Katalysatordosiervorrichtung beschrieben, bei der eine alternierend um  $180^\circ$  drehbare Welle zwei gegenüberliegende Vertiefungen aufweist, die den Katalysator auf der der Bevorratungseinheit zugewandten Seite aufnehmen und nach Drehung auf der der Ventileinheit, d.h. dem Reaktorinnenraum, zugewandten Seite wieder abgeben. Bei der Dosierung wird eine dem Volumen der Vertiefung und der Drehfrequenz der Welle entsprechende Menge Katalysator durch das unter Druck stehende Inertgas in den Reaktor dosiert.

30

35

Nachteilig an diesem Dosierverfahren ist, dass sich an der Dosierstelle direkt nach der erfolgten Dosierung des Katalysators in das Wirbelbett ein Bereich mit sehr hohen Katalysatorkonzentration ausbildet, was bei hochaktiven Katalysatoren zur Ausbildung von Polymerteilchen mit hoher Oberflächentemperatur (sog. hot spots) führt. Diese hot spots können zu Brocken verklumpen oder zu Belägen an der Reaktorwandung oder an den Temperatursonden führen. Brocken oder von der Reaktorwand abfallende Beläge können den Austrag blockieren oder zum Ursprung eines großen Klumpens (big pellet) werden. In beiden Fällen muss der

40

mw

Reaktor abgeschaltet werden. Beläge an Temperatursonden täuschen hohe Temperaturen vor, was ebenfalls zur Reaktorabschaltung führt.

- 5 In der EP 811 637 B1 ist ein Verfahren beschrieben, um beim Einsatz flüssiger Katalysatoren zu verhindern, dass sich diese auf den bereits im Reaktor befindlichen Polymerteilchen ablagern und durch verstärkte Polymerisation zu übergroßen, nicht mehr aufwühlbaren Partikeln führen. Die Ablagerung auf den Polymerpartikeln wird verhindert, indem der in einem Gas befindliche flüssige Katalysator durch ein weiteres Gas umgeben wird, das die Partikel der Wirbelschicht von dem Bereich der Wirbelschicht fernhält, in den der flüssige Katalysator fein versprüht eindosiert wird.
- 10 Während allerdings bei der Dosierung von flüssigen Katalysatoren die Ausbildung neuer Partikelkeime sowie die Kontrolle der Größe der zu bildenden Partikelkeime im Vordergrund steht, kommt es bei festen, partikelförmigen Katalysatoren vielmehr auf die möglichst gute Verteilung der Katalysatorpartikel im Wirbelbett an.
- 15 Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, die vorgenannten Nachteile des Standes der Technik bei der Dosierung fester, partikelförmiger Katalysatoren zu überwinden und ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Verfügung zu stellen, mit der diese hohen lokalen Katalysatorkonzentrationen bei der Dosierung vermieden werden können.
- 20 Nun wurde nun gefunden, dass diese Aufgabe bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Dosierung mindestens eines festen, partikelförmigen Katalysators in einen Reaktor mit einer Wirbelschicht aus Partikeln in einem zumindest zum Teil gasförmigen Medium, bei dem der Katalysator an mindestens einer Dosierstelle in vorgegebenen zeitlichen Abständen diskontinuierlich in die Wirbelschicht eindosiert wird, dadurch gelöst werden kann, indem jeweils
- 25 ein Fluidstrom in den Reaktor eingeleitet wird, so dass sich ausgehend von der mindestens einen Dosierstelle in der Wirbelschicht ein Bereich mit verminderter Partikeldichte ausbilden kann, in den anschließend der mindestens eine Katalysator eindosiert wird.
- Durch das vorherige kontinuierliche oder diskontinuierliche Einleiten eines Fluidstromes
- 30 („Vorblasen“) vor der eigentlichen Dosierung des Katalysators („Dosieren“) wird erreicht, dass der Katalysator von einer Dosierstelle aus wegen der verminderten Teilchendichte deutlich tiefer in die Wirbelschicht eindringen kann. Hierdurch wird der Katalysator im Reaktor insbesondere in radialer Richtung deutlich besser verteilt, so dass die Gefahr der Ausbildung hoher lokaler Katalysatorkonzentrationen deutlich verringert wird. Wesentlich für das erfindungsgemäße
- 35 Verfahren ist, dass erst der partikelreduzierte Bereich im Wirbelbett ausgebildet wird, und dann die Dosierung des Katalysators in diesen Bereich erfolgt, während ein gleichzeitiges Einbringen des Fluidstroms und des Katalysators in den Reaktor den erfindungsgemäßen Erfolg nicht eintreten lässt.

Das Verfahren ist insbesondere für die Dosierung eines Katalysators in einen Wirbelschichtreaktor für die Herstellung von Polymeren, insbesondere Polyolefinen geeignet, ohne auf diese Anwendung beschränkt zu sein. Vielmehr eignet sich das Verfahren allgemein für alle Wirbelschichtverfahren bei denen ein Katalysator möglichst gleichmäßig in ein Wirbelbett aus Reaktionsmasse eindosiert werden muss.

Der für die erfindungsgemäße Dosierung verwendbare Katalysator ist dabei nicht auf eine bestimmte Art von Katalysator beschränkt, sondern auf alle bekannten Katalysatoren anwendbar, die für die Dosierung in eine Gasphasenwirbelschicht geeignet sind. Voraussetzung ist lediglich, dass die Katalysatoren in einer Form vorliegen, die eine Dosierung ermöglichen. Bevorzugt handelt es sich um geträgerte oder ungeträgerte, als rieselfähige Feststoffe vorliegende Katalysatoren.

Weiterhin bevorzugt ist der Einsatz eines festen, rieselfähigen Katalysators, der für die Polymerisation von  $\alpha$ -Olefinen geeignet ist. Als Katalysatoren kommen alle bekannten Katalysatoren in Betracht, wie sie zur Ethylen- und Propen-(Co)polymerisation üblicherweise eingesetzt werden, also beispielsweise Ziegler-Natta-Katalysatoren, Chromkatalysatoren oder Metallocenkatalysatoren. Diese Katalysatoren einschließlich erforderlicher oder vorteilhafter Cokatalysatoren und Aktivatoren sind dem Fachmann bekannt. Auch können diese Katalysatoren zusammen mit Metallalkylen, insbesondere mit Aluminiumalkylen, eingesetzt werden, die als Cokatalysatoren und/oder als Abfänger von Verunreinigungen dienen. In bevorzugter Weise werden diese Katalysatoren in geträgerter Form, beispielsweise auf Trägermaterialien wie anorganischen Oxiden (z.B. MgO, oder Kieselgel),  $MgCl_2$ , Mg-ethylat oder organischen Polymeren (z.B. Polyethylenpartikel) eingesetzt. Bevorzugt ist eine Trägerung auf Kieselgel,  $MgCl_2$  oder MgO. Die Katalysatoren können aber auch in ungeträgerter fester Form in den Reaktor eindosiert werden. Auch andere Additive, wie sie dem Fachmann bekannt sind, können im erfindungsgemäßen Polymerisationsverfahren eingesetzt werden. Insbesondere hat sich der Einsatz von Additiven als vorteilhaft erwiesen, welche die elektrostatische Aufladung der Polymerpartikel im Reaktor vermindern. Besonders günstig ist der Einsatz eines Antistatikums wie Costelan AS 100 (Lieferant: H. Costenoble GmbH & Co KG, Deutschland). Die Partikelgröße der Katalysatoren beträgt üblicherweise 5 bis 200  $\mu m$ , bevorzugt 20 bis 80  $\mu m$ .

Erfindungsgemäß kann der Fluidstrom grundsätzlich durch jedes Fluid oder Fluidgemisch gebildet werden, das sich bei der Dosierung inert verhält und das im Gleichgewicht unter dem Druck, der Temperatur und der Stoffzusammensetzung, die im Reaktor herrschen, im gasförmigen Aggregatzustand vorliegt. Bevorzugt handelt es sich bei dem Fluid um ein permanentes Gas. Für die Olefinpolymerisation ist beispielsweise Stickstoff, Methan, Ethan oder ähnliches besonders bevorzugt, so dass nicht die Gefahr einer vorzeitigen Polymerisation in den Zuführungsleitungen besteht. Weiterhin besonders geeignet ist darüber hinaus jedes Gas, das bei der Zuführung in

flüssigem Zustand vorliegt, im Reaktor unter den dort herrschenden Bedingungen allerdings sofort verdampft. Besonders bevorzugt ist hierbei der Einsatz von unter Druck verflüssigtem Propan, das bei der Dosierung entspannt wird und dabei verdampft. Eine Mischung verschiedener Fluide, insbesondere einem permanenten Gas und einem unter Druck verflüssigten Gas, kann je nach Art des Wirbelbettes oder des zu dosierenden Katalysators ebenfalls von Vorteil sein.

Eine Gasphasenwirbelschicht, besteht üblicherweise aus in der Gasphase durch einen Gasstrom in der Schwebe gehaltenen Partikeln. Erfindungsgemäß kann die Wirbelschicht neben einem Gas oder einer Gas Mischung auch kondensierte Anteile enthalten, solange diese die Ausbildung des Bereiches mit reduzierter Partikeldichte nicht beeinträchtigen.

Um welche Art von Partikeln es sich handelt, durch die die Wirbelschicht gebildet wird, spielt für die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens nur eine untergeordnete Rolle, solange sich durch das Vorblasen ein Bereich mit substantiell verminderter Partikeldichte oder sogar ein im wesentlichen partikelfreier Bereich ausbilden kann, der dem Katalysator ein tieferes Eindringen in das Wirbelbett erlaubt. Das erfindungsgemäße Verfahren ist auch auf alle Arten von Wirbelschichten anwendbar, unabhängig davon ob diese in einem turbulenten, laminaren oder sonstigen Betriebszustand vorliegen.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann bevorzugt zur Dosierung von Katalysatoren in eine Wirbelschicht aus Feststoffpartikeln, insbesondere Polymerpartikeln, eingesetzt werden. Besonders bevorzugt ist die Dosierung von Katalysatoren in einen Gasphasenwirbelschichtreaktor zur Olefinpolymerisation, wie er beispielsweise in EP-A-0 475 603, EP-A-0 089 691 oder EP-A-0 571 826 im Detail beschrieben wird. Das erfindungsgemäße Verfahren kann sinngemäß auch bei gerührten Gasphasenpolymerisationsverfahren eingesetzt werden.

Wie weit die Partikeldichte erniedrigt werden muss, um eine Verbesserung der Dosierung zu erhalten, hängt sehr stark von der Partikeldichte der Wirbelschicht sowie von der Masse und Größe der Katalysatorpartikel ab. Bei den für die Olefinpolymerisation üblichen Bedingungen liegen in der Wirbelschicht üblicherweise Partikeldichten von etwa  $0,2$  bis  $0,4 \text{ g/cm}^3$  vor. Die Partikeldichte in dem dichter reduzierten Bereich des Wirbelbettes sollte unter  $0,15 \text{ g/cm}^3$  abgesenkt werden, um eine verbesserte Verteilung der Katalysatorpartikel zu erzielen. Bevorzugt ist es, durch das Fluid eine Partikeldichte von unter  $0,1 \text{ g/cm}^3$ , weiterhin bevorzugt unter  $0,05 \text{ g/cm}^3$ , insbesondere unter  $0,01 \text{ g/cm}^3$  zu erzeugen. Am meisten bevorzugt ist es jedoch, einen im wesentlichen partikelfreien Bereich zu erzeugen, in den dann der Katalysator dosiert wird, da die Eindringtiefe in das Wirbelbett und die Verteilung im Wirbelbett in diesem Fall besonders gut ist.

Allgemein gilt, dass die Verteilung des Katalysators in der Wirbelschicht um so besser ist, je partikelfreier der Raum ist, in den die Dosierung erfolgt.

Solange die Dichte des Gases in der Wirbelschicht deutlich unter der Partikeldichte liegt, was insbesondere bei Drücken bis 10 MPa der Fall ist, so spielt der Druck im Reaktor ebenfalls eine vernachlässigbare Rolle. Je geringer der Druck im Reaktor ist, um so einfacher ist es jedoch, mit Hilfe eines Fluids einen Bereich mit reduzierter Dichte im Wirbelbett zu erzeugen. Bevorzugt ist ein Druckgefälle von 0,2-0,4 MPa (2-4 bar) zwischen dem Dosierdruck, d.h. der Druck, unter dem das Fluid steht, und dem Reaktordruck.

Während die Dosierung des Katalysators erfindungsgemäß diskontinuierlich ist, kann das Einbringen des Fluidstroms (Vorblasen) kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen, so dass der Katalysator entweder in einen kontinuierlich aufrechterhaltenen Bereich des Wirbelbettes mit verminderter Partikeldichte dosiert wird oder die Ausbildung des Bereichs des Wirbelbettes mit verminderter Partikeldichte diskontinuierlich jeweils vor jeder Dosierung des Katalysators erfolgt. Dabei ist einerseits der Zeitraum zwischen dem Vorblasen und der Dosierung des Katalysators so zu wählen, dass ein ausreichender Zeitraum zur Verfügung steht, damit sich der dichter reduzierte Bereich ausbilden kann. Bei einem diskontinuierlichen Vorblasen muss außerdem bis zum Ende der Katalysatordosierung entweder der Fluidstrom aufrecht erhalten werden oder der Zeitraum zwischen der Beendigung des Einbringens des Fluidstromes und dem Beginn der Katalysatordosierung muss so kurz gewählt werden, dass der Bereich mit reduzierter Partikeldichte noch nicht wieder zusammengebrochen ist bzw. durch das Trägergas aus dem Bereich des Wirbelbettes, in den der Katalysator dosiert wird, transportiert wurde.

Bevorzugt ist ein diskontinuierliches Vorblasen. Besonders bevorzugt wird das Fluid für einen Zeitraum von 0,5 bis 60 s diskontinuierlich eingebracht und mit einer Verzögerung von 0,5 bis 3 s nach Beginn der Dosierung des Fluidstromes wird dann der Katalysator eindosiert.

Die Dosierung des Katalysators kann erfindungsgemäß durch den Fluidstrom selbst, mit dem Vorgeblasen wird, oder mit Hilfe eines weiteren Fluidstromes erfolgen. Bevorzugt wird der Katalysator durch den Fluidstrom selbst in den Reaktor eindosiert. Ebenfalls bevorzugt ist es, den Fluidstrom im wesentlichen konzentrisch um die Dosierstelle des Katalysators in die Wirbelschicht einzuleiten, und die Dosierung des Katalysators an der Dosierstelle mit Hilfe eines weiteren Fluidstrom zu bewerkstelligen.

Weiterhin ist es bevorzugt den Katalysator nicht direkt an der Reaktorinnenwand sondern in einem Abstand von mindestens 1 cm, besonders bevorzugt 2 bis 100 cm, am meisten bevorzugt 3 bis 50 cm, von der Innenwand des Reaktors einzudosieren, wodurch eine bessere Verteilung des Katalysators in dem Wirbelbett erreicht wird. Der Inertgasstrom kann ebenfalls in einem

Abstand von mindestens 1 cm von der Reaktorinnenwand, z.B. über eine Lanze, eingeleitet werden.

- Ein weiterer Aspekt der vorliegenden Erfindung ist ein kontinuierliches Polymerisationsverfahren zur Herstellung von Ethylen- und Propylenhomopolymerisaten und -copolymerisaten, bei dem man Ethylen, Propylen oder Gemische enthaltend Ethylen oder Propylen und andere C<sub>2</sub>- bis C<sub>8</sub>- $\alpha$ -Olefine in einem Gasphasenwirbelschichtreaktor mit einem Bett aus kleinteiligem Polymerisat bei einem Druck von 0,5 bis 6 MPa und einer Temperatur von 30 bis 150 °C in Gegenwart eines Katalysators polymerisiert, wobei das oben beschriebene Verfahren zur Dosierung des Katalysators Anwendung findet.

- Weiterhin ist eine Vorrichtung zur Durchführung der genannten Verfahren Gegenstand der vorliegenden Erfindung. Diese umfasst einen Gasphasenwirbelschichtreaktor mit einer Wirbelschicht aus Partikeln in einem Reaktorgas, wobei der Reaktor eine im wesentlichen senkrecht zur Strömungsrichtung des Reaktorgases angeordnete, die Wirbelschicht begrenzende Wandung aufweist. Weiterhin mindestens eine Bevorratungseinheit zur Bevorratung eines Katalysators, eine Portioniereinheit zur Bereitstellung von Portionen des Katalysator in vorgegebener Menge, die mit der mindestens einen Bevorratungseinheit durch eine erste Verbindungsleitung verbunden ist, eine Ventileinheit zum Einbringen des portionierten Katalysators in die Wirbelschicht des Reaktors an mindestens einer Dosierstelle, wobei die Ventileinheit mit der Portioniereinheit durch eine zweite Verbindungsleitung verbunden ist und mit dem Reaktor an der mindestens einen Dosierstelle verbunden ist und eine Fluidzuführung, über die der Bevorratungseinheit und der zweiten Verbindungsleitung ein Fluid, insbesondere ein Inertgas, zuführbar ist. Die mindestens eine Dosierstelle ist dabei mindestens 1 cm von der Wandung des Reaktors beabstandet, sodass die Dosierung nicht in den Wandbereich des Wirbelbettes mit verminderter Konvektion erfolgt. Vielmehr wird der Katalysator möglichst in einen Bereich des Katalysatorbettes dosiert, der nicht oder nur wenig durch die Reaktorinnenwand beeinflusst bzw. beruhigt ist.
- Die Dosierstelle ist bevorzugt 2 bis 100 cm von der Wandung beabstandet. Die Wandung wird dabei bevorzugt durch die senkrecht im Raum angeordnete, rohrförmige Reaktorinnenwand gebildet und die Dosierstelle erstreckt sich vorteilhafterweise von der Reaktorinnenwand radial in den Reaktor bzw. die Wirbelschicht hinein.
- In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Dosiervorrichtung sind im wesentlichen ringförmig um die Dosierstelle des Katalysators eine oder mehrere Fluiddosierstellen für die Dosierung des Fluidstroms vorgesehen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung und das Verfahren wird im folgenden anhand der Figuren erläutert, ohne die Erfindung auf diese Ausführungsformen zu beschränken.

Hierbei zeigen:

5

- Fig. 1 eine Schemazeichnung einer Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Dosiervorrichtung mit einem Reaktor zur Polyolefinsynthese,  
Fig. 2 eine Ausführungsform der Portioniereinheit der in Fig.1 dargestellten Dosiervorrichtung,  
Fig. 3 eine weitere Ausführungsform der Portioniereinheit der in Fig.1 dargestellten Dosiervorrichtung,  
10 Fig. 4 eine erste Ausführungsform der Ventileinheit der in Fig.1 dargestellten Dosiervorrichtung,  
Fig. 5 eine zweite Ausführungsform der Ventileinheit der in Fig.1 dargestellten Dosiervorrichtung mit gegenüber der Reaktorinnenwand vorspringender Dosierstelle  
15 Fig. 6 eine dritte Ausführungsform der Ventileinheit der in Fig.1 dargestellten Dosiervorrichtung mit gegenüber der Reaktorinnenwand vorspringender Dosierstelle und zusätzlichem Vorblasen von Fluid,  
Fig. 7 eine vierte Ausführungsform der Ventileinheit der in Fig.1 dargestellten Dosiervorrichtung mit gegenüber der Reaktorinnenwand vorspringender Dosierstelle  
20 Fig. 8 eine Ausführungsform einer Dosiervorrichtung ohne Ventileinheit zum kontinuierlichen Vorblasen.

25

In Fig. 1 ist eine Übersicht über einen Gasphasenwirbelschichtreaktor zur Polymerisation von Ethylen mit einer Dosiervorrichtung abgebildet, die im Prinzip derjenigen entspricht, die in der EP 226 935 B1 beschrieben ist und die mit geringen Abwandlungen zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt werden kann. Die Dosiervorrichtung besteht aus den Elementen Bevorratungseinheit 1a, Portioniereinheit 1b und Ventileinheit 1c.

30

Im allgemeinen handelt es sich bei einem Gasphasenwirbelschichtreaktor 5 um ein mehr oder weniger langes, senkrecht im Raum angeordnetes Rohr, welches von im Kreis geführtem Reaktorgas durchströmt wird. Im allgemeinen wird das im Kreis geführte Reaktorgas dem unteren Ende des Gasphasenwirbelschichtreaktors zugeführt und an dessen oberen Ende wieder entnommen. Die Wirbelschicht 11 wird durch die Reaktorinnenwand 9 (vgl. Fig. 4) begrenzt.

35

Bei der Anwendung für die Polymerisation von  $\alpha$ -Olefinen handelt es sich bei dem im Kreis geführten Reaktorgas üblicherweise um eine Mischung aus Ethen oder Propen, gewünschtenfalls einem Molekulargewichtsregler wie Wasserstoff und Inertgasen wie Stickstoff und/oder gesättigten Kohlenwasserstoffen wie Ethan, Propan, Butan, Pentan oder Hexan. Außerdem kann

40



das Reaktorgas als Comonomere C<sub>3</sub>- bis C<sub>8</sub>- $\alpha$ -Olefine wie Propen, But-1-en, Pent-1-en, 2- $\alpha$ -Monoolefine wie Propen, But-1-en, Pent-1-en, 2-Methylpenten, Hex-1-en, Hept-1-en und Oct-1-en enthalten. Bevorzugt ist ein Verfahren, in welchem Ethylen mit Hex-1-en oder But-1-en copolymerisiert wird. Die Geschwindigkeit des Reaktorgases muß ausreichend hoch sein, um  
5 zum einen das im Rohr befindliche, als Polymerisationszone dienende, durchmischte Schüttgutbett aus kleinteiligem Polymerisat aufzuwirbeln und zum anderen die Polymerisationswärme wirksam abzuführen.

10 Zur Einstellung gleichbleibender Reaktionsbedingungen können die Bestandteile des Reaktorgases dem Gasphasenwirbelschichtreaktor direkt oder über das im Kreis geführte Reaktorgas zugeführt werden.

Des weiteren bestimmt die Menge des zudosierten Katalysators den Produktausstoß des Gasphasenwirbelschichtreaktors. Dessen Kapazität wird bekanntermaßen durch die  
15 Kühlkapazität des im Kreis geführten Reaktorgases begrenzt. Diese Kühlkapazität richtet sich zum einen nach dem Druck, unter dem das Reaktorgas steht bzw. bei dem die (Co)Polymerisation durchgeführt wird. Hier empfiehlt es sich im allgemeinen bei Drücken von 0,1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 8 und insbesondere 1,5 bis 5 MPa zu arbeiten. Außerdem richtet sich die Kühlkapazität nach der Temperatur, bei welcher die (Co)Polymerisation in dem Wirbelbett  
20 durchgeführt wird. Für das erfindungsgemäße Verfahren ist es vorteilhaft, bei Temperaturen von 30 bis 125°C zu arbeiten, besonders bevorzugt zwischen 75 und 118 °C, wobei für Copolymere höherer Dichte vorzugsweise Temperaturen im oberen Teil dieses Bereichs, für Copolymere niedrigerer Dichte vorzugsweise Temperaturen im unteren Teil dieses Bereichs eingestellt werden.

25 Neben der Temperatur hat auch der Anteil von Inertgasen wie Stickstoff oder inerten Kohlenwasserstoffen Einfluß auf die Gefahr des Auftretens von Verklebungen und Ablagerungen. Hohe Inertgasanteile können die Ablagerungsgefahr verringern, zugleich jedoch auch durch geringe Katalysatorproduktivitäten die Raum-Zeit-Ausbeute beeinträchtigen, so daß das  
30 Verfahren unwirtschaftlich werden kann. Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren beträgt der Inertgasanteil vorzugsweise 15 bis 75 Vol.-%, besonders bevorzugt 35 bis 50 Vol.-%, bezogen auf das Gesamtvolumen des Reaktionsgases.

Figur 2 zeigt eine Detailansicht der Portioniereinheit 1b. Sie bildet eine in einem Gehäuse mittels  
35 Dichtringen und Stopfbuchsen abgedichtete, alternierend um jeweils 180° drehbare Welle 2, die mit zwei gegenüberliegenden Vertiefungen 3a und 3b versehen ist. Die alternierend Bewegung erfolgt mittels eines nicht dargestellten Antriebs. Alternativ zu der abgebildeten Portioniereinheit 1b mit zwei gegenüberliegenden Vertiefungen 3a, 3b ist es möglich, auch nur eine Vertiefung

vorzusehen. Diese kann deutlich tiefer ausgebildet sein, so dass auch größere Dosiermengen unter Beibehaltung des Wellendurchmessers realisierbar sind.

Figur 3 zeigt eine alternative Ausführungsform der Positioniereinheit 1b. Sie lässt sich aus einem handelsüblichen Kugelhahn fertigen, indem das Innenteil mit Durchgang gegen ein Innenteil mit den Vertiefungen 3a, 3b ausgetauscht wird. Anstatt eine Kugelhahns kann auch ein Hahn mit Kücken verwendet werden.

Figur 4 zeigt eine erste Ausführungsform der Ventileinheit 1c. Diese besteht aus der eigentlichen Düse 13 und einem mit einer zylindrischen Bohrung versehenen Flansch 14, der zwischen Düse 13 und Reaktor 5 angeordnet ist. Die Ventileinheit 1c ist gasdicht mit dem Reaktor 5 verbunden. Die Düse 13 bildet einen durch Dichtringe und Stopfbuchse abgedichteten zylindrischen Hohlraum 4, der in Richtung des unter einem Druck von etwa 1,5 bis 5 MPa stehenden Reaktor 5 düsenförmig zuläuft. In diesen Hohlraum 4 ist eine mit dem Hohlraum 4 und dem düsenförmigen Zulauf mittengleich gelagerte Spindel 6 angeordnet, die mittels eines Antriebes hubförmig hin und her bewegbar ist, wobei die Spindel 6 in der einen Nulllage die Düse, und damit den gesamten Dosierraum, absolut gasdicht gegen den Flansch 14 und den Reaktor 5 abschließt. Der Flansch 14 dient dazu, ein möglichst gleichmäßiges und tiefes Eindringen des Fluidstromes beim Vorblasen zu erreichen, indem er ein radiales Ausbreiten des Fluids hinter der Düse verhindert und dafür sorgt, dass sich ein paralleler Fluidstrahl ausbilden kann.

Zwischen der Bevorratungseinheit 1a und der Portioniereinheit 1b einerseits und der Portioniereinheit 1b und der Ventileinheit 1c andererseits befinden sich Verbindungsleitungen 7a und 7b. Die Bevorratungseinheit 1a und die Verbindungsleitung 7b sind mit Zulaufleitungen 8a und 8b für Inertgas ausgerüstet, in denen der Druck höher als der Druck im Reaktor 5 ist, wobei dieser Druck in seiner absoluten Höhe verstellbar ist.

Die Ventileinheit 1c kann wie in der EP 226 935 B1 beschrieben und in Figur 4 dargestellt bündig mit der Reaktorinnenwand 9 angeordnet sein. Da an der Wand nur eine geringe Turbulenz zu beobachten ist, kann in einer Variante gemäß Fig. 5 die Dosierstelle 10 der Ventileinheit 1c um einen Abstand x von 1 bis 100 cm, bevorzugt 3 bis 50 cm in den Reaktor gegenüber der Reaktorinnenwand 9 vorspringen und bevorzugt in radialer Richtung in den Reaktorinnenraum hineinragen, was dazu führt, dass die Dosierung in größerer Entfernung von der Reaktorinnenwand 9 und damit in einen Bereich des Wirbelbettes mit größerer Turbulenz erfolgt. Dies ermöglicht eine noch bessere und schnellere Verteilung des Katalysators in der Wirbelschicht und damit einen gleichmäßigeren Betrieb des Reaktors. Der Abstand x richtet sich dabei nach dem Reaktordurchmesser und nach der Turbulenz der Wirbelschicht. Während bei kleineren und turbulenteren Reaktoren durchaus mit einem Abstand von 1 cm bereits vorteilhafte

Wirkungen erzielt werden können, kann es bei großen Produktionsreaktoren vorteilhafter sein, beispielsweise einen Abstand von 50 cm zu wählen.

- Im folgenden sei das erfindungsgemäße Verfahren unter Einsatz der in den Figuren 1, 2, 4 und 5 oben beschriebenen diskontinuierlichen Dosiervorrichtung erläutert, wobei betont wird, dass das Verfahren auch mit Hilfe anderer Vorrichtungen ausführbar ist. Die Ventileinheit 1c öffnet die Verbindung zwischen dem Dosierraum, der aus dem Hohlraum 4 und den Leitungen 7b und 8b gebildet wird, und dem Reaktor 5, so dass das unter Überdruck stehende Inertgas aufgrund des Druckgefälles in den Reaktor strömen kann. Hierbei wird durch das Inertgas quasi eine Gasblase, d.h. ein im wesentlichen partikelfreier Raum in das Wirbelbett geschossen (Vorblasen). Mit wenigen Sekunden Verzögerung wird die Welle 2 der Portioniereinheit 1b um 180° gedreht, was zur Folge hat, dass die jeweilige mit Katalysator gefüllte Vertiefung 3a, 3b mit dem Dosierraum in Verbindung gebracht wird. Der Katalysator wird durch das Inertgas in die Gasblase eingeblasen und verteilt sich gleichmäßig über die Blasenwand. Nach etwa zwei bis zehn Sekunden Öffnungszeit schließt sich die Ventileinheit 1c wieder. Die Länge der Verzögerungszeit und der Öffnungszeit der Ventileinheit 1c ist variierbar und hängt im wesentlichen von der Geometrie des verwendeten Reaktors, den Reaktionsbedingungen, der Gasgeschwindigkeit, der Dichte des Wirbelbettes und dem Durchsatz ab. Im Normalfall liegt die Verzögerungszeit im Bereich von 0,5 bis 10 s, vorzugsweise 1 bis 2 s. Entscheidend ist hierbei, dass die Zugabe des Katalysators mit einer solchen Verzögerung erfolgt, die die Ausbildung eines stabilen, im wesentlichen partikelfreien Bereiches im Wirbelbett erlaubt, in die der Katalysator eindosiert wird. Die Öffnungszeit der Ventileinheit 1c muss so gewählt werden, dass mit jeder Dosierung die in der Vertiefung 3a, 3b befindliche Menge an Katalysator in den Reaktor 5 gelangt.
- Das Verfahren nach dem Stand der Technik läuft dagegen folgendermaßen ab: Zunächst wird die Welle 2 der Portioniereinheit 1b um 180° gedreht, was zur Folge hat, dass die jeweilige mit Katalysator gefüllte Vertiefung 3a, 3b mit dem Dosierraum in Verbindung gebracht wird und der Katalysator vor die Ventileinheit 1c fällt. Erst anschließend öffnet die Ventileinheit 1c die Verbindung zwischen dem Dosierraum und dem Reaktor 5, so dass das unter Überdruck stehende Inertgas den Katalysator in den Reaktor 5 befördert. Nach 0,1 bis 30 Sekunden Öffnungszeit schließt sich die Ventileinheit 1c wieder.

- Eine weitere Ausführungsform der Dosiervorrichtung zeigt Figur 6, bei der über die Verbindungsleitung 7c der Ventileinheit 1c zusätzlich Stickstoff oder ein anderes Inertgas zugeführt werden kann, um den Inertgasstrom zu erhöhen. Bei dieser Variante kann beim Vorblasen die Ausbildung der Gasblase durch den zusätzlichen Inertgasstrom verbessert werden, was insbesondere bei höheren Dichten der Wirbelschicht von Vorteil ist. Dabei kann der zusätzliche Inertgasstrom beim anschließenden Eindosieren des Katalysators einerseits durch ein

Ventil vollständig abgestellt oder andererseits mit kleineren Mengen aufrechterhalten werden. Weiterhin kann auf einfache Weise ein kontinuierliches Vorblasen bewerkstelligt werden.

Die in Figur 7 dargestellte Variante der Ventileinheit weist ebenfalls eine gegenüber der Reaktorwand 9 vorspringender Dosierstelle 10 auf. Darüber hinaus ist eine Inertgasdosierstelle 12 zum Vorblasen von Stickstoff vorgesehen, die ebenfalls gegenüber der Reaktorinnenwand 9 vorspringt. Die Inertgasdosierstelle 12 und die Dosierstelle 10 werden durch konzentrisch angeordneten Rohre gebildet, durch die die Einleitung des Inertgases oder ggf. eines anderen Fluids und die Dosierung des Katalysators erfolgt. Das offene, dem Reaktorinnenraum zugewandte Ende des Inneren Rohres bildet die Dosierstelle 10 des Katalysators, während durch das äußerer Rohr das Inertgas in den Reaktor 5 geleitet wird. Die Inertgasdosierstelle 12 ist hierbei ringförmig ausgebildet. Durch diese Anordnung wird bei der Einleitung des Inertgases ein relativ großer partikelfreier Bereich geschaffen, in den anschließend der Katalysator ebenfalls mit Hilfe von Inertgas dosiert wird. Neben einer ringförmigen Anordnung der Inertgasdosierstelle 12 können aber auch mehrere beispielsweise ringsegmentartig oder rund ausgebildete Dosierstellen sein, die ringförmig um die Dosierstelle 10 angeordnet sind.

Sämtliche Ausführungsformen können mit Hilfe eines Inertgases wie Stickstoff betrieben werden. Es ist jedoch auch möglich, andere inerte Fluide wie Propan zur Dosierung zu verwenden, die zwar in den Leitungen 7b und 8b in flüssiger Form vorliegen, jedoch nach dem Passieren der Ventileinheit 1c im Reaktor 5 sofort verdampfen. Auch ein Vorblasen mit Propan und eine Katalysatordosierung mit Stickstoff ist möglich.

Beim Einsatz von Propan wird auch im Reaktor vorteilhafterweise nur mit Propan als Inertkomponente im Kreisgas gearbeitet. Durch Propan anstelle von Stickstoff im Kreisgas wird die Wärmekapazität des Kreisgases und die Gasdichte erhöht. Dadurch kann im Vergleich zur Fahrweise mit Stickstoff als Inertkomponente bei gleicher Temperaturdifferenz zwischen Reaktoreingangstemperatur und Reaktorausgangstemperatur die Produktionsrate des Reaktor um bis zu 40% erhöht werden.

Eine weitere Ausführungsform der Dosiereinrichtung zeigt Figur 8. Die Dosierstelle 10 ist mindestens 1 cm von der Reaktorinnenwand beabstandet. Die dargestellte Variante der Dosiereinrichtung wird ausschließlich mit kontinuierlichem Vorblasen betrieben. Dabei wird auf die Ventileinheit 1c verzichtet. Der ständige inerte Fluidstrom verhindert das Eindringen des Gases aus dem Reaktor 5 in den Dosierraum. Als inertes Fluid wird vorzugsweise Stickstoff oder Propan eingesetzt. Das Propan liegt in den Leitungen 7b und 8b flüssig vor, verdampft unter den im Reaktor herrschenden Bedingungen an der Dosierstelle und bildet so eine Gasblase, d.h. einen im wesentlichen partikelfreier Raum im Wirbelbett.

- Die vorliegende Erfindung wurde anhand von fünf Ausführungsformen vorteilhafter Dosiervorrichtungen näher erläutert. Es sei jedoch betont, dass die Erfindung keineswegs auf diese beschränkt ist. Vielmehr können zur Ausführung der vorliegenden Erfindung auch andere Dosiervorrichtungen eingesetzt werden, mit denen ein Vorblasen mit Inertgas oder einem anderen Fluid möglich ist.

### Beispiel 1

- In einem Gasphasenwirbelschicht-Produktionsreaktor wurde bei einem Ausstoß von 20 t/h, einer Reaktortemperatur von 115,5 °C und einem Reaktordruck von 2,1 MPa (21 bar) jeweils ein HDPE-Produkt mit einer Dichte 0,950 g/cm<sup>3</sup> und 0,956 g/cm<sup>3</sup> und einer Schmelze-Masse-Fließrate MFR(190°C/2,16kg) von 0,3 g/10 min, bestimmt nach ISO 1133, hergestellt. Als Katalysator diente ein titanisierter Chrom-Katalysator (Kieselgelträger, Partikelgröße 50 µm).
- Die Katalysatordosierung erfolgte unter Einsatz der in Figuren 1 bis 3 dargestellten Dosiervorrichtung und dem diesbezüglich erläuterten erfindungsgemäßen Dosierverfahren unter Verwendung von Stickstoff als Fluid zum Vorblasen und zum Dosieren des Katalysators. Die Verzögerungszeit betrug 2 s, die gesamte Öffnungszeit der Ventileinheit 10 s.
- Nach Umstellung auf das erfindungsgemäße Dosierverfahren wurden keine Temperaturanstiege durch Hotspots oder Beläge an den Temperatursonden innerhalb von 20 Tagen beobachtet, während bei Dosierung nach dem Stand der Technik innerhalb von 3 Tagen Temperaturanstiege an den Temperatursonden auftraten, die zur Reaktorabstellung führten. Überraschenderweise wurde beim Einsatz des erfindungsgemäßen Dosierverfahrens eine Produktivitätssteigerung von 15 bis 20 % gefunden.

### Beispiel 2

- In einem Gasphasenwirbelschicht-Produktionsreaktor wurde bei einem Ausstoß von 25 t/h, einer Reaktortemperatur von 113 bzw. 114,5 °C und einem Reaktordruck von 2,1 MPa (21 bar) Polyethylen mit einer Dichte von 0,937 bzw. 0,942 und einer Schmelze-Masse-Fließrate MFR(190°C/21,6kg) von 6 bzw. 12 g/10min, bestimmt nach ISO 1133, hergestellt. Als Katalysator diente ein Chrom-Katalysator (Kieselgelträger).
- Die Katalysatordosierung erfolgte unter Einsatz der in den Figuren 1, 2 und 4 dargestellten Dosiervorrichtung und dem diesbezüglich erläuterten erfindungsgemäßen Dosierverfahren unter Verwendung von Stickstoff als Fluid zum Vorblasen und zum Dosieren des Katalysators. Die Verzögerungszeit betrug 2 s, die gesamte Öffnungszeit der Ventileinheit 10 s.

Nach Umstellung auf das erfindungsgemäße Dosierverfahren stieg die Katalysatorproduktivität um 10 bis 15 % an.

### Beispiel 3

5

In einem Gasphasenwirbelschicht-Technikumsreaktor wurde bei einem Ausstoß von 55kg/h, einer Reaktortemperatur von 85 bis 92 °C und einem Reaktordruck von 2,1 MPa (21 bar) Polyethylen mit einer Dichte von 0,918 g/cm<sup>3</sup> und einer Schmelze-Masse-Fließrate MFR(190°C/2,16kg) von 1 – 4 g/10min, bestimmt nach ISO 1133, hergestellt. Als Katalysator diente ein hochaktiver kieselgelgetragter Metallocen-Katalysator.

10

Beim Einsatz des Dosierverfahrens gemäß dem Stand der Technik unter Verwendung von Stickstoff zum Dosieren des Katalysators traten durch hot spots innerhalb von 24 Stunden Brocken mit Katalysatoreinschlüssen und Beläge an der Reaktorwand auf. Brocken und Beläge führten zur Reaktorabstellung.

15

Unter Einsatz der in den Figuren 1, 2 und 4 dargestellten Dosiervorrichtung und dem diesbezüglich erläuterten Dosierverfahren konnte unter Verwendung von Stickstoff als Fluid zum Vorblasen und zum Dosieren des Katalysators der gleiche hochaktive kieselgelgetragerte Metallocen-Katalysator ohne Brocken oder Beläge an der Reaktorwand gefahren werden.

20

### Beispiel 4

25

In einem Gasphasenwirbelschicht-Technikumsreaktor (0,5 m Reaktordurchmesser) wurde bei einem Ausstoß von 60 kg/h, einem Reaktordruck von 2,1 MPa und einer Reaktortemperatur von 113°C Polyethylen mit einer Dichte von 0,937 g/cm<sup>3</sup> und einer Schmelze-Masse-Fließrate MFR (190°C/21,6 kg) von 11-13 g/10min, bestimmt nach ISO 1133 hergestellt. Als Katalysator diente ein Chromkatalysator (Kieselgelträger, mittl. Partikeldurchmesser 50 µm).

30

Unter Einsatz der in Fig. 8 dargestellten Dosiervorrichtung betrieben mit Propan und Austausch von Stickstoff als Inertkomponente im Reaktorgas gegen Propan konnte der Reaktor problemlos über eine Woche betrieben werden.

35

Im Vergleich zur Fahrweise mit Stickstoff und Dosierung ohne Vorblasen wurde bei gleichem Ethylenpartialdruck eine um 10-15% höhere Produktivität sowie eine um 40% reduzierte Temperaturdifferenz zwischen Reaktoreingangstemperatur und Reaktorausgangstemperatur gefunden.

40

**Bezugszeichenliste**

	1a	Bevorratungseinheit
	1b	Portioniereinheit
5	1c	Ventileinheit
	2	Welle
	3a, 3b	Vertiefungen
	4	Hohlraum
	5	Reaktor
10	6	Spindel
	7a, 7b	Verbindungsleitungen
	8a, 8b	Zulaufleitungen
	9	Reaktorinnenwand
	10	Dosierstelle
15	11	Wirbelschicht
	12	Inertgasdosierstelle
	13	Düse
	14	Flansch

20

25

30

35

40

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Dosierung mindestens eines festen, partikelförmigen Katalysators in einen Reaktor (5) mit einer Wirbelschicht (11) aus Partikeln in einem zumindest zum Teil gasförmigen Medium, bei dem der Katalysator an mindestens einer Dosierstelle (10) diskontinuierlich in vorgegebenen zeitlichen Abständen in die Wirbelschicht (11) eindosiert wird, dadurch gekennzeichnet, dass jeweils ein Fluidstrom in den Reaktor (5) eingeleitet wird, so dass sich ausgehend von der mindestens einen Dosierstelle (10) in der Wirbelschicht (11) ein Bereich mit verminderter Partikeldichte ausbildet, in den anschließend der mindestens eine Katalysator eindosiert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Fluidstrom um einen Gasstrom handelt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Fluidstrom um einen Flüssigkeitsstrom handelt, wobei die Flüssigkeit unter den im Reaktor (5) herrschenden Bedingungen verdampft.
4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Bereich mit verminderter Partikeldichte eine Partikeldichte von unter  $0,1 \text{ g/cm}^3$ , insbesondere unter  $0,01 \text{ g/cm}^3$  aufweist.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Bereich mit verminderter Partikeldichte im wesentlichen partikelfrei ist.
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Fluidstrom diskontinuierlich für einen Zeitraum von 0,5 bis 60 s eingebracht wird und mit einer Verzögerung von 0,5 bis 3 s nach Beginn des Einleitens des Fluidstroms der Katalysator eindosiert wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Fluidstrom kontinuierlich eingebracht wird.
8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch den Einsatz mindestens eines festen, rieselfähigen Katalysators, der für die Polymerisation von  $\alpha$ -Olefinen geeignet ist.



9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Fluidstrom aus einem oder mehreren Inertgasen der Reihe der  $C_2$  bis  $C_3$ -Alkane oder  $N_2$  gebildet wird.
- 5 10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Katalysator in einem Abstand (x) von mindestens 1 cm von der Innenwand (9) des Reaktors (5) eidosiert wird.
- 10 11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Katalysator durch den Fluidstrom in den Reaktor (5) eidosiert wird.
- 15 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Fluidstrom im wesentlichen konzentrisch um die Dosierstelle (10) des Katalysators in den Reaktor (5) eingeleitet wird, und die Dosierung des Katalysators an der Dosierstelle (10) mit Hilfe eines weiteren Fluidstroms erfolgt.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Fluidstrom in einem Abstand (y) von mindestens 1 cm von der Innenwand (9) des Reaktors (5) eingeleitet wird.
- 20 14. Kontinuierliches Polymerisationsverfahren zur Herstellung von Ethylen- und Propylenhomopolymerisaten und -copolymerisaten, bei dem man Ethylen, Propen oder Gemische enthaltend Ethylen oder Propen und andere  $C_2$ - bis  $C_8$ - $\alpha$ -Olefine in einem Gasphasenwirbelschichtreaktor (5) mit einer Wirbelschicht (11) aus kleinteiligem Polymerisat bei einem Druck von 0,5 bis 6 MPa und einer Temperatur von 30 bis 150 °C in Gegenwart eines Katalysators polymerisiert, gekennzeichnet durch den Einsatz eines Verfahrens zur Dosierung des Katalysators nach einem der vorangehenden Ansprüche.
- 25
- 30
- 35
- 40

15. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 10 bis 13, umfassend

- 5
- einen Gasphasenwirbelschichtreaktor (5) mit einer Wirbelschicht (11) aus Partikeln in einem Reaktorgas, wobei der Reaktor (5) eine im wesentlichen senkrecht zur Strömungsrichtung des Reaktorgases angeordnete, die Wirbelschicht begrenzende Wandung (9) aufweist,
  - 10 - mindestens eine Bevorratungseinheit (1a) zur Bevorratung eines Katalysators,
  - eine Portioniereinheit (1b) zur Bereitstellung von Portionen des Katalysators in vorgegebener Menge, die mit der mindestens einen Bevorratungseinheit (1a) durch eine erste Verbindungsleitung (7a) verbunden ist,
  - 15 - eine Ventileinheit (1c) zum Einbringen des portionierten Katalysators in die Wirbelschicht des Reaktors (5) an mindestens einer Dosierstelle (10), wobei die Ventileinheit (1c) mit der Portioniereinheit (1b) durch eine zweite Verbindungsleitung (7b) verbunden ist und mit dem Reaktor (5) an der mindestens einen Dosierstelle (10) verbunden ist,
  - 20 - eine Fluidzuführung (8a, 8b), über die der Bevorratungseinheit (1a) und der zweiten Verbindungsleitung (7b) ein Fluid, insbesondere ein Inertgas, zuführbar ist,

25 wobei die mindestens eine Dosierstelle (10) mindestens 1 cm von der Wandung (9) des Reaktors (5) beabstandet ist.

- 30 16. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Dosierstelle (10) 2 bis 100 cm von der Wandung (9) des Reaktors (5) beabstandet ist.
17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 und 16, dadurch gekennzeichnet, dass im wesentlichen ringförmig um die Dosierstelle (10) des Katalysators mindestens eine weitere Dosierstelle (12) für einen Fluidstrom vorgesehen ist.
- 35
- 40

Fig. 1

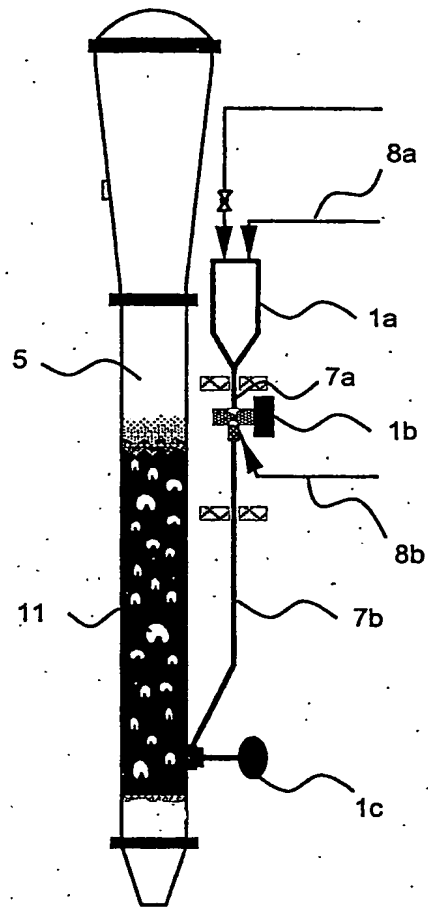


Fig. 2

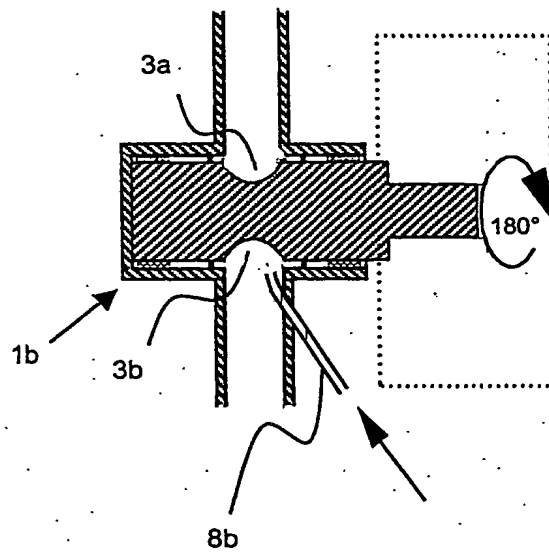


Fig. 3

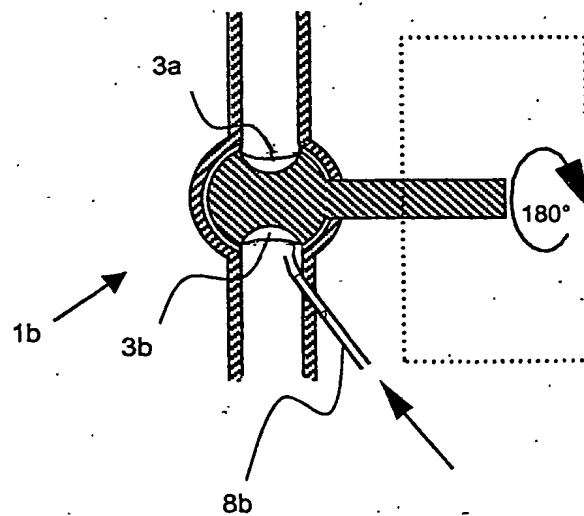


Fig. 4

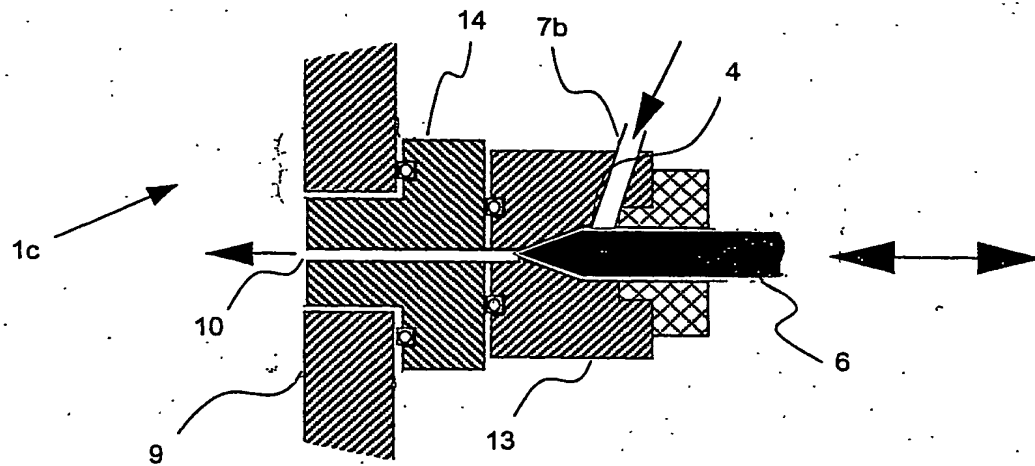


Fig. 5

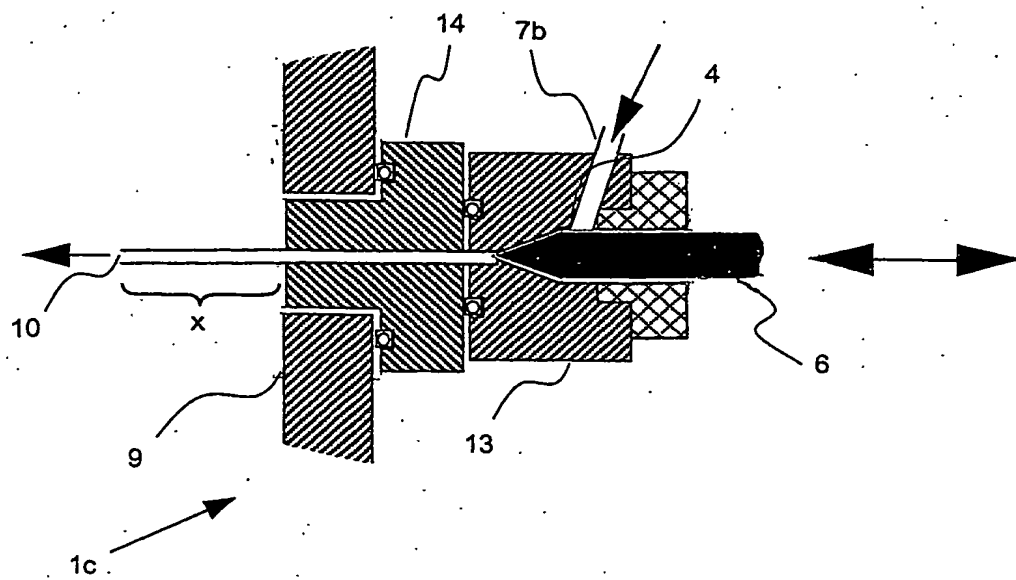


Fig. 6

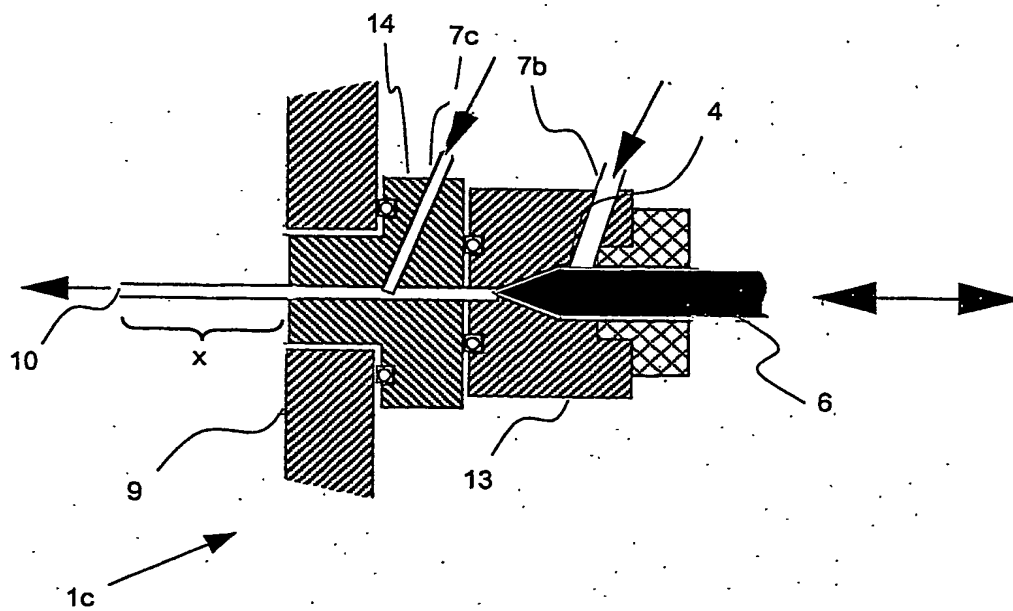


Fig. 7

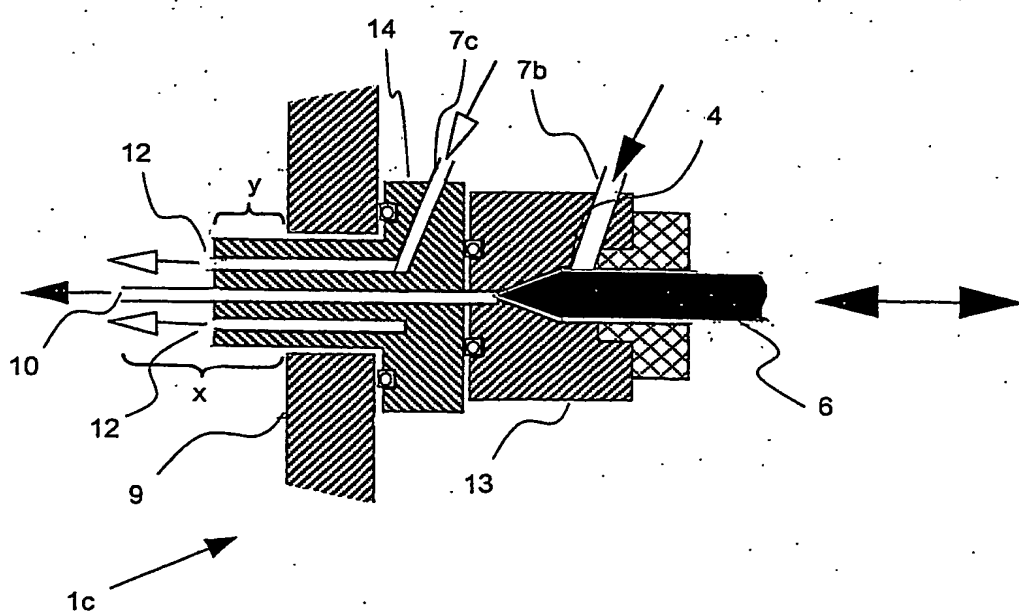
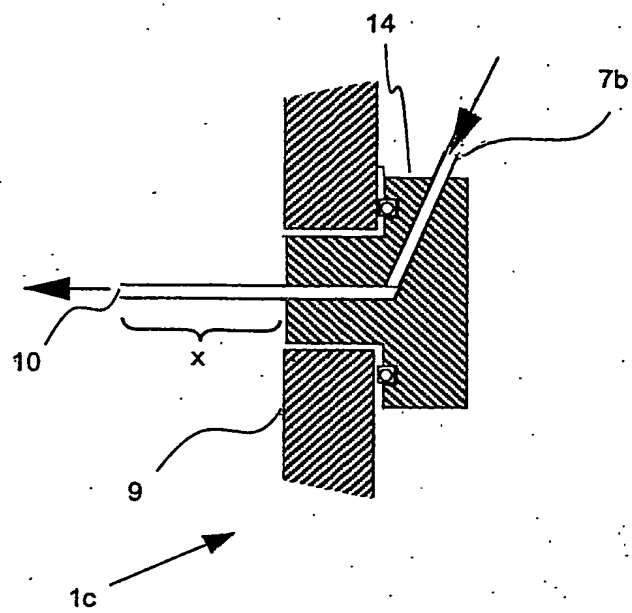


Fig. 8



## Verfahren zur diskontinuierlichen Katalysatordosierung in einen Gasphasenwirbelschichtreaktor

### Zusammenfassung

5

Verfahren zur Dosierung mindestens eines festen, partikelförmigen Katalysators in einen Reaktor mit einer Wirbelschicht (11) aus Partikeln in einem zumindest zum Teil gasförmigen Medium, bei dem an mindestens einer Dosierstelle (10) in vorgegebenen Zeitabständen diskontinuierlich der Katalysator in die Wirbelschicht (11) eindosiert wird. Erfindungsgemäß wird zunächst ein

10

Fluidstrom in den Reaktor (5) eingeleitet, so dass sich ausgehend von der Dosierstelle (10) in der Wirbelschicht (11) ein Bereich mit verminderter Partikeldichte ausbildet, in den anschließend der Katalysator ein dosiert wird. Durch das vorherige Einleiten eines Fluidstromes („Vorblasen“) vor der eigentlichen Dosierung des Katalysators wird erreicht, dass der Katalysator von der Dosierstelle aus wegen der verminderten Teilchendichte deutlich tiefer in die Wirbelschicht

15

eindringen kann und sich besser verteilt.

(Fig. 1)

20

25

30

35

40



Figur der Zusammenfassung

